# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-058935

(43)Date of publication of application: 06.03.2001

(51)Int.CI.

A61K 7/42 3/12 B01F

B01J 13/00

(21)Application number: 11-232703

(71)Applicant: DAINIPPON KASEI KK

MIKUNI COLOR LTD

(22)Date of filing:

19.08.1999

(72)Inventor: ITANI MAMORU

**SUWA YOSHICHIKA** YOSHIOKA TAKASHI HATSUDA TAKESHI TAKAHASHI HIDEO

# (54) PRODUCTION OF DISPERSED COMPOSITION FOR COSMETIC

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a dispersed composition in which inorganic fine particles are stably and uniformly dispersed and to obtain both the dispersed composition and a cosmetic comprising the dispersed composition. SOLUTION: This method for producing a dispersed composition for a cosmetic comprises a step for uniformly dispersing (1) at least two kinds of inorganic fine particles having different average particle diameters which are respectively within the range of 0.005-0.1  $\mu$  m, (2) at least 10 wt.% of a volatile oil and (3) a dispersing agent. The dispersed composition is obtained by the method and a method for producing the cosmetic is to add the dispersed composition thereto.

### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-58935 (P2001 - 58935A)

(43)公開日 平成13年3月6日(2001.3.6)

| (51) Int.Cl.7 | 識別記号 | F I           | テーマコード(参考) |
|---------------|------|---------------|------------|
| A 6 1 K 7/42  |      | A 6 1 K 7/42  | 4 C 0 8 3  |
| B01F 3/12     |      | B 0 1 F 3/12  | 4G035      |
| В 0 1 Ј 13/00 |      | B 0 1 J 13/00 | B 4G065    |

|          |                       | 審查請求        | 未請求 請求項の数8 OL (全 7 頁) |
|----------|-----------------------|-------------|-----------------------|
| (21)出願番号 | 特願平11-232703          | (71)出願人     | 597021026             |
|          |                       |             | 大日本化成株式会社             |
| (22)出願日  | 平成11年8月19日(1999.8.19) |             | 大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号  |
|          |                       | (71)出願人     | 591064508             |
|          |                       |             | 御国色素株式会社              |
|          |                       |             | 兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1    |
|          |                       | (72)発明者     | 井谷衛                   |
|          |                       |             | 大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号  |
|          |                       |             | 大日本化成株式会社内            |
|          |                       | (74)代理人     | 100062144             |
|          |                       | ( - ) ( - ) | 弁理士 青山 葆 (外2名)        |
|          | ·                     |             | NET BE WOLD III       |
|          |                       |             |                       |
|          |                       |             |                       |

最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 化粧料用分散組成物の製造方法

# (57)【要約】

【課題】 無機微粒子を安定に均一分散させた分散組成 物の製造法、該分散組成物及びこれを含有する化粧料を 提供する。

(1) 異なる平均粒子径を有し、それぞ 【解決手段】 れの平均粒子径が 0.005~0.1 μ mの範囲内にある 少なくとも2種の無機微粒子、(2)少なくとも10重 量%の揮発性油剤、および(3)分散剤を均一に分散す る工程を含む、化粧料用分散組成物の製造方法、該方法 で得られる分散組成物および該分散組成物を添加する、 化粧料の製造方法を提供する。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1) 異なる平均粒子径を有し、それぞれの平均粒子径が $0.005\sim0.1\mu$ mの範囲内にある少なくとも2種の無機微粒子、(2)少なくとも10重量%の揮発性油剤、および(3)分散剤を均一に分散する工程を含む、化粧料用分散組成物の製造方法。

【請求項2】 少なくとも2種の無機微粒子のそれぞれの平均粒子径の差が $0.01\mu$ m以上である、請求項1記載の方法。

【請求項3】 無機微粒子が酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、酸化鉄、鉄ドープ型酸化チタンからなる群から選択される、請求項1記載の方法。

【請求項4】 揮発性油剤がオクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、低粘度メチルポリシロキサン、環状シリコン4量体、5量体、6量体、軽質イソパラフィン、軽質流動イソパラフィンからなる群から選択される、請求項1記載の方法。

【請求項5】 分散剤がモノイソステアリン酸ジグリセリル、ジイソステアリン酸ジグリセリル、モノイソステアリン酸グリセリル、HLBが8以下のイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、HLBが8以下のイソステアリン酸ポリエチレングリコール、デキストリン脂肪酸エステル、架橋型メチルポリシロキサン、セルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースおよびヒドロキシプロピルセルロースからなる群から選択される、請求項1記載の方法。

【請求項6】 請求項1から5いずれかに記載の方法により調製される、分散組成物。

【請求項7】 請求項6記載の分散組成物を添加してなる、日焼け止め化粧料。

【請求項8】 (1) 異なる平均粒子径を有し、それぞれの平均粒子径が 0.005~0.1  $\mu$  mの範囲内にある少なくとも2種の無機微粒子、(2)少なくとも10重量%の揮発性油剤、および(3)分散剤を均一に分散して分散組成物を調製し、得られた分散組成物を化粧料基剤に配合することを特徴とする、日焼け止め化粧料の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は微細な無機微粒子を 安定に分散させた分散組成物、特に日焼け防止用化粧料 に用いられる紫外線散乱剤の分散組成物を提供する。

### [0002]

【従来の技術】顔料などの無機微粒子を安定に分散させるために、微粉末を予め少量の樹脂類に練り込んで均一な分散組成物を得、これを所定の成分に混合する技術は既に様々な分野で知られ、利用されている。

【0003】一方、日焼け止め化粧料として、酸化亜 鉛、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化セリウム、鉄 ドープ型酸化チタン、カオリン等の無機粉末を紫外線散乱剤として多く配合することで、紫外線防止効果の高い化粧料が提供されている。かかる無機微粒子としては平均粒径が 0.1 μ m以上のものが使用されていた。紫外線散乱剤は紫外線による変質が少なく、また経皮皮吸いないために皮膚への悪影響や刺激がなく、好ましい物質であるが、配合した化粧料中での安定性に問題外外を引いた。また、これらの紫外外が引いたの改善が望まれていた。また、これらの紫外外が割は隠蔽力が高く塗布すると皮膚上に白く残り外がいるであった。これらを改良するため、粒子を分散れて白色を目立たないようにする方法が試をそのでいる。しかしながら、かかる微粒状無機粉末をそのけている。しかしながら、かかる微粒状無機粉末をそけれている。しかしながら、二次凝集を起こしたりながまた。

【0004】即ち、日焼け止め化粧料の分野では紫外線防止効果が高く化粧仕上がりが良好で、使用感の良いものを得るため、できるだけ微細化した紫外線散乱剤を安定に分散させる技術が求められている。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は微細な無機微粒子を安定に分散させた分散組成物の製造方法を提供する。微細な無機粉末を安定に分散させた分散組成物をマスターバッチとして化粧料に添加することによって、高い紫外線防御効果が発揮され、使用感が良好で且つ化粧仕上がりが自然な化粧料を提供することができる。本発明は、さらに、当該製造方法で製造した分散組成物および該分散組成物を添加した日焼け止め化粧料を提供する。

### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、無機微粒子を化粧料などの系に混合する前に予めマスターバッチ分散物を製造し、それを系中に混合する技術を採用する。即ち、本発明は(1)異なる平均粒子径を有し、それぞれの平均粒子径が0.005~0.1  $\mu$  mの範囲内にある少なくとも2種の無機微粒子、(2)少なくとも10重量%の揮発性油剤、および(3)分散剤を均一に分散する工程を含む、分散組成物の製造方法、および当該方法により調製される分散組成物および該分散組成物を含有してなる化粧料に関する。

#### [0007]

【発明の実施の形態】本発明に用いられる無機微粒子としては、化粧料の分野で使用される無機微粒子であればよく、微粒子金属酸化物、特に紫外線散乱剤として使用される酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化セレン等の単結晶物、溶融結晶物、または鉄イオン・アルミニウムイオン等のアルカリ土類金属イオンがドープされた結晶組成物等が例示される。「少なくとも2種の」とは、同種の無機微粒子群でそれぞれの群の平均粒子径の異なるものであっても、または無機粒子の種類が

相違し、さらに平均粒子径が異なるものであってもよい。無機微粒子の表面は所望により、酸化アルミニウムや酸化ジルコニウム等の金属酸化物やシリコン、アミノ酸、レシチン、ポリエチレン、金属石鹸等で被覆処理したものでもよい。

【0008】無機微粒子の平均粒子径は0.005~0.1 $\mu$ mの範囲であり、より好ましくは0.01~0.08 $\mu$ mである。粒子径はレーザー回析法により測定したものを言う。平均粒子径が0.005 $\mu$ mより小さいものは多く配合しようとすると系の粘度の上昇を招き分散効率が低くなり、0.1 $\mu$ mより大きい場合、得られる化粧料の隠蔽力が強くなりすぎ、塗布すると皮膚上に白く残り、外観上不都合を生じる。

【0009】異なる平均粒子径を有する少なくとも2種の無機微粒子群の平均粒子径は、統計的に有意差を持って相違するものであればよく、好ましくは $0.01\mu m$ 以上、および/または大きいほうの平均粒子径が小さいほうの倍以上であるのが好ましい。典型的には、平均粒子径が $0.01\sim0.02\mu m$ の範囲にあるものと、平均粒子径が $0.03\sim0.05\mu m$ の範囲にあるものの組み合わせが好適に用いられる。

【0010】無機微粒子は分散組成物中に20~60重量%、より好ましくは30~55重量%配合する。無機微粒子の量が少なすぎると紫外線防御能が低く、分散も不均一になりやすく、60重量%より多く配合すると粘度が上がりすぎて分散に多大なエネルギーを要し経済的でない。またこれを化粧用の基剤などに再分散させる時の再分散性が低下し、凝集粒子を生じやすく、白ぽい仕上がりとなる。さらに付き・のび等の使用感が低下する。またこれを日焼け止め化粧料に使用すると凝集により効果が不十分となる。

【0011】2種以上の無機微粒子の配合比としては、比較的粒径の小さい粒子と比較的粒径の大きな粒子との配合比が2:1~20:1(重量比)であるのが好ましく、より好ましくは4:1~16:1の範囲である。こうして得られる分散組成物を用いれば、十分な紫外線防御効果を確保しつつ自然な仕上がりを提供する化粧料を得ることができる。

【0012】無機微粒子が3種類の場合は、最小粒子:中間粒子:最大粒子が6:2:1~60:2:1とするのが好ましい。3種類以上の場合の最小粒子比率の下限は、最も小さい粒径の微粒子の混合比を1としたときに、1/2の等比級数的に混合比が小さくなる割合であり、上限は最も小さい粒径の混合比を1としたときに次に大きな粒径が1/30、以下これより粒径が大きくなるに従い1/2の等比級数的に混合比が小さくなるようにするのが好ましい。

【0013】揮発性の油性成分はオクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、低粘度メチルポリシロキサン、環状シリコン4量体、5量体、6量体、

軽質イソパラフィン、軽質流動イソパラフィンの1種または2種以上から選択され、分散組成物中へは少なくとも10重量%以上、好ましくは10~70重量%含有させる。揮発性油剤の配合量が10重量%以下の場合は、この分散組成物をマスターバッチとして用いて調製された化粧料の使用感が油っぽく感じる等のデメリットが生じる。

【〇〇14】無機粉末の分散を促進し、製造後の再凝集 を防ぐため、本発明の分散組成物には分散剤を添加す る。分散剤としてはモノイソステアリン酸ジグリセリ ル、ジイソステアリン酸ジグリセリル、モノイソステア リン酸グリセリル、HLBが8以下のイソステアリン酸 ポリオキシエチレングリセリル、HLBが8以下のイソ ステアリン酸ポリエチレングリコール、デキストリン脂 肪酸エステル、架橋型メチルポリシロキサン、セルロー ス、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシ エチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースの1 種または2種以上から選択される。これら分散剤の使用 量は分散組成物中に0.1重量%から20重量%とする のが望ましい。分散剤の量が 0.1 重量%以下の時は、 分散が十分でないばかりか、製造後に再凝集を起こしや すい。また、20重量%以上の分散剤は、本発明の分散 組成物をマスターバッチとして用いて調製される最終製 品で分散剤の物理化学特性が現れやすく、処方の自由度 が低下すると共に、ベタツキを生じるなど、使用感上の デメリットが現れる。

【 O O 1 5 】本発明の分散組成物には、揮発性油剤の他に、通常化粧料に用いられる油性成分を添加してもよい。油性成分の好ましい具体例としては、炭化水素類、動植物油、液状高級脂肪酸、液状高級アルコール類、合成エステル、合成トリグリセライド類、および、シリコン類が例示される。

【0016】炭化水素類としては、例えば軽質流動パラ フィン、軽質流動イソパラフィン、流動パラフィン、α ーオレフィンオリゴマー、流動ポリイソブチレン、スク ワラン等が挙げられる。動植物油としては、オリーブ 油、ホホバ油、アボカド油、アルモンド油、ゴマ油、大 豆油、椿油、ヒマシ油、タートル油、ミンク油等挙げら れる。液状高級脂肪酸としては、ウンデシレン酸、イソ ステアリン酸、オレイン酸等が挙げられる。液状高級ア ルコール類としては、2-ヘキシルデカノール、イソス テアリルアルコール、オレイルアルコール、2ーオクチ ルドデカノール等が挙げられる。合成エステルとして は、アジピン酸ジイソプロピル、イソステアリン酸へキ シルデシル、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸 イソプロピル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ジオク タン酸ネオペンチルグリコール、ジカプリン酸ネオペン チルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、イソノナ ン酸イソノニル、イソノナン酸イソトリデシル、乳酸オ クチルドデシル等が挙げられる。合成トリグリセライド 類としては、トリ(カプリル・カプリン酸)グリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン等が挙げられる。および、シリコン類としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロペキサシロキサン等が挙げられる。油性成分は、これらの一種又は二種以上を用いても良い。

【0017】本発明の分散組成物にはさらに所望により、界面活性剤、他の油性成分、保湿剤、通常の無機顔料、有機顔料、抗酸化剤、防腐剤、香料等の通常化粧料に使用される添加剤を配合できる。

【0018】本発明の方法においては、少なくとも10重量%の揮発性油剤と分散剤を予め室温20℃~80℃の温度で均一に混合し、次いで異なる平均粒子径を有し、それぞれの平均粒子径が0.005~0.1  $\mu$  mの範囲内にある少なくとも2種の無機微粒子を添加し、分散処理を行う。分散処理は、2本ロールミル、3本ロールミル、ボールミル、バスケットミル、ホモミキサー、縦型ビーズミル、横型ビーズミル、ピン付きビーズミル、コロイドミル、アトライター、超高圧型ホモジナイザー、超音波分散機等の分散装置を用いて均一に分散処理すればよい。

【0019】本発明の分散組成物は、化粧料に特に好適に添加される。化粧料としては、無機微粒子の添加を要するものであれば限定されないが、特に無機微粒子として紫外線散乱剤を用いる、日焼け止め化粧料に配合するためには、本発明の方法で得られた無機微粒子組成物を化粧料用基剤の3.0重量%~95.0重量%、より好ましくは10.0~92.0重量%配合するのが好ましい。日焼け止め化粧料は、クリーム、ペースト、スティックなどの形状で用いられる。化粧料用基剤としては、使用形状に応じて適宜公知の基剤を用いればよい。

【0020】以下、実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。本発明を下記実施例により例示しながら更に詳しく説明する。実施例は本発明の特定の態様であり、限定的なものではない。なお、以下「部」という語は特に断りのない限り「重量部」を意味するものとする。

#### [0021]

### 【実施例】実施例1

デカメチルシクロペンタシロキサン(環状シリコン5量体)55部にジイソステアリン酸ジグリセリル3部を室温で均一とし、そこにTTO-55(C)(石原産業製;カタログ平均粒子径0.03~0.05 $\mu$ m、実測平均粒子径0.035 $\mu$ m)5部とTTO-51(C)(石原産業製;カタログ平均粒子径0.01~0.03 $\mu$ 

m、実測平均粒子径0.015 µm) 34 部を分散さ

せ、ビーズミルにて分散処理し、微粒子酸化チタン分散 組成物を得た。

#### 【0022】比較例1

デカメチルシクロペンタシロキサン(環状シリコン5量体)55部にジイソステアリン酸ジグリセリル3部を室温で均一とし、そこにTTO-51(C)(石原産業製:平均粒子径0.01~0.03 $\mu$ m)39部を分散させ、ビーズミルにて分散処理しようとしたが、系の粘度が上昇し、得られた微粒子酸化チタン分散組成物は均質ではなかった。

### 【0023】実施例2

アイソパー G(軽質流動イソパラフィン; エクソン社製) 30 部と流動パラフィン 20 部にモノイソステアリン酸グリセリル 4 部とヒドロキシエチルセルロース 1 部を室温で均一にし、FINEX—25(堺化学製; 平均粒径  $0.04\mu$ m) 20 部とFINEX—75(堺化学製: 平均粒径  $0.04\mu$ m) 25 部を分散させ、サンドミルにて分散処理し、微粒子酸化亜鉛分散組成物を得た。

# 【0024】比較例2

アイソパー G (軽質流動イソパラフィン; エクソン社製) 30部と流動パラフィン25部に、FINEX—25 (堺化学製; 平均粒径 $0.04\mu m$ ) 20部とFIN EX—75 (堺化学製; 平均粒径 $0.01\mu m$ ) 25部を分散させ、サンドミルにて分散処理したが、得られた微粒子酸化亜鉛分散組成物は均質ではなかった。

#### 【0025】実施例3

KF96A-1cs(オクタメチルトリシロキサン:信越化学製)20部とKF96A-2cs(低粘度メチルポリシロキサン:信越化学製)30部とKSG-15(架橋型メチルポリシロキサン:信越化学製)5部エマレックス GWIS-103(HLBが8以下のイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル:日本エマルジョン製)を室温にて均一にし、MZ-3S(シリコン処理酸化亜鉛:テイカ製;平均粒径0.015 $\mu$ m)10部とTTO-F-2(鉄ドープ酸化チタン:石原産業製;平均粒径0.03~0.05 $\mu$ m)35部を分散させ、ビーズミルにて分散処理し、混合無機微粒子分散組成物を得た。

### 【0026】比較例3

KF96A-1cs(オクタメチルトリシロキサン:信越化学製)20部とKF96A-2cs(低粘度メチルポリシロキサン:信越化学製)30部とKSG-15(架橋型メチルポリシロキサン:信越化学製)5部エマレックス GWIS-103(HLBが8以下のイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル:日本エマルジョン製)を室温にて均一にし、MZ-3S(シリコン処理酸化亜鉛:テイカ製;平均粒径0.015 $\mu$ m)10部とTTO-F-2(鉄ドープ酸化チタン:石原産製;平均粒径0.03~0.05 $\mu$ m)35部を分散さ

せ、ディスパーにて分散処理したが、未分散物が存在し、得られた混合無機微粒子分散組成物は均質ではなかった。

【0027】上記で得られた各分散組成物を用いて、化 粧料を調製し、そのSPF値および使用性を評価した。 評価は以下の基準で行った:

#### SPFの測定

テープ(トランスポアテープ:スリーエム社製)に2mg/cm $^2$ または2 $\mu$ l/cm $^2$ になるように試料を均一に塗布し、SPF-290アナライザー(オプトメトリックス社製)を用いて塗布部6カ所の紫外線防御因子を測定し、SPF-290アナライザー用専用ソフト(SPF OPERATING SOFTWARE VERSION 1.5 120492)を用いて

数値を算出した。

【0028】使用性テスト

調製したそれぞれの化粧料につき、「化粧料の仕上がり感」、「塗布時の伸び」および「塗布後のさっぱり感」について官能試験を行った。女性パネラー(10~15名)に、試料化粧料を通常の使用方法にて化粧をしてもらい、「化粧料の肌への付着性」、「化粧料の仕上がり感」および「塗布後のしっとり感」について 5:非常に良い、4:良い、3:普通、2:やや悪い、1:悪いの5段階に評価してもらった。評価した総得点をパネラーの数で割り、評価点として下記の判定符号を付した。【0029】

【表 1】

表1:使用性テストにおける評価点と判定符号

| 評価点 | 5~4.5    | 4.5~3.5 | 3.5~2.5 | 2.5以下 |
|-----|----------|---------|---------|-------|
| 判定  | <b>©</b> | 0       | Δ       | ×     |

処方例 1 サンスクリーン・クリーム 実施例 1 で得られた分散組成物と比較例 1 で得られた分 散組成物をもちいて、W/O型乳化のサンスクリーン・ クリームを調製した。

【0030】 [調製方法] 全量が仕込める製造装置に以下の(1)~(7)の成分を秤量し、均一に溶解させる。均一溶解後、(8)又は(9)を添加し、ホモミキ

サーまたはディスパーにて均一に分散させる。ホモミキサーを作動させながら、別の容器に均一溶解した(1 0)~(13)を添加し、乳化を行う。工程は室温にて 行った。

[0031]

【表2】

(香膏%)

|                            |          | 「自事がり  |
|----------------------------|----------|--------|
| 構 成 成 分                    | 実施例 4    | 比較例 4  |
| (1)セチルメチコンコポリオール           | 3.0      | 3.0    |
| (2)植物性スクワラン                | 3.0      | 3.0    |
| (3) コスモール 525 <sup>*</sup> | 3.0      | 3.0    |
| (4) コスモール N - O 1 **       | 3.0      | 3.0    |
| (5)天然ビタミン E                | 0.1      | 0.1    |
| (6) デカメチルシクロペンタシロキサン       | 10.0     | 10.0   |
| ・(7) プロピルパラベン              | 0. 1     | 0. 1   |
| (8) 実施例1で得られた分散組成物         | 30.0     |        |
| (9) 比較例1で得られた分散組成物         |          | 30.0   |
| (10) 精製水                   | to 100   | to 100 |
| (11) 1.3ープチレングリコール         | 6.0      | 6.0    |
| (12) メチルパラベン               | 0, 2     | 0.2    |
| (13) 塩化ナトリウム               | 1.0      | 1.0    |
| ·SPF値                      | 35       | 1 5    |
| ・使用性                       |          |        |
| 化粧の仕上がり状態                  | <b>©</b> | ×      |
| 塗布時の伸び                     | 0        | Δ      |
| 塗布後のさっぱり感                  | 0        | ×      |

コスモール 525\*:ジー2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール

#### (日清製油製)

コスモール N-O1 株米: ジカプリン酸ネオペンチルグリコール(日清製油製)

散組成物をもちいて、O/W型乳化のサンスクリーン・ クリームを調製した。

# 【0032】[調製方法]

- 1. 下記 (1) ~ (6) を秤量し、加熱・撹拌して均一 に溶解させる。
- 2. これに、(7) または(8) を加えて、76~82 ℃に加熱し、均一に分散する。(油相)
- 3. 全量が仕込める容器に (9) ~ (13) を加え、7 5~85℃でホモミキサー処理する。
- 4. これに、十分混合粉砕された(14)~(18)を 撹拌しながら添加し、80~85℃でホモミキサー処理 する。(水相)
- 5. 調製された水相に、先に調製した油相を加え、ホモミキサー処理する。
- 6. これを撹拌しながら室温まで冷却する。
- 7. 最後に、脱気し、容器に充填する。

[0033]

【表3】

(重量%)

| 構 成 成 分                    | 実施例 5    | 比較例 5  |
|----------------------------|----------|--------|
| (1)ステアリン酸                  | 5.00     | 5.00   |
| (2) モノイソステアリン酸ソルビタン        | 3.00     | 3.00   |
| (3) セタノール                  | 2.00     | 2.00   |
| (4) 液状ラノリン                 | 3.00     | 3.00   |
| (5) ジカプリン酸ネオペンチルグリコール      | 2.00     | 2.00   |
| (6) プロピルパラベン               | 0.10     | 0.10   |
| (7) 実施例 3で得られた分散組成物        | 20.0     |        |
| (8) 比較例 3で得られた分散組成物        |          | 20.0   |
| (9) 稍製水                    | to 100   | to 100 |
| (10) グリセリン                 | 5.00     | 5.00   |
| (11) Lーアルギニン               | 1.00     | 1.00   |
| (12) メチルパラベン               | 0.20     | 0.20   |
| (13) ベントナイト                | 1.00     | 1.00   |
| (14) タルク                   | 3.00     | 3.00   |
| (15) 二酸化チタン (CR-50; 石原産業製) | 5.00     | 5.00   |
| (16) 黄酸化鉄                  | 1.50     | 1.50   |
| (17) 黒酸化鉄                  | 0.02     | 0.02   |
| (18) ペンガラ                  | 0.50     | 0.50   |
| ·SPF値                      | 3 2      | 12     |
| · 使用性                      |          |        |
| 化粧の仕上がり状態                  | <b>⊚</b> | ×      |
| 塗布時の伸び                     | <b>©</b> | ×      |
| 塗布後のさっぱり感                  | <b>©</b> | Δ      |

処方例3 リップ・クリーム

実施例2で得られた分散を用いて、サンスクリーン効果 を有したリップ・クリームを調製した。

【0034】 [調製方法] 全量を仕込める製造装置に (1)~(9)を秤量し、75~85℃に加熱し、均一 に溶解させる。次いで、(10)~(12)の各成分を 添加し、ディスパーにて均一に分散させた後、脱気し、 金型に流し込み、急冷して固める。固まったものを型か ら取りだし、容器に装填する。

[0035]

【表4】

| 構 成 成 分              | 実施例 6  |
|----------------------|--------|
| (1) カルナウバロウ          | 4.5    |
| (2)キャンデリラロウ          | 9.0    |
| (3) セレシン             | 2.5    |
| (4) サラシミツロウ          | 1.5    |
| (5) カカオ脂             | 4.0    |
| (6)ショ糖脂肪酸エステル        | 2.0    |
| (7) ラノリン             | 20.0   |
| (8) BHT              | 0.1    |
| (9) 流動パラフィン          | to 100 |
| (10) 実施例 2で得られた分散組成物 | 20.0   |
| (11) 赤色3号アルミニウムレーキ   | 適量     |
| (12) 香料              | 適量     |

得られたリップ・クリームは、伸びが良く、塗布後のベタッキががなく、自然な仕上がりにも関わらず、紫外線防御効果(SPF値:28)を発揮した。

#### [0036]

【発明の効果】本発明の方法によって、無機微粒子が均 ーに分散された分散組成物が得られる。本発明の方法で 調製した分散組成物を用いて調製した化粧料は、実施例で示したSPF値からも分かるように有害な紫外線から皮膚を保護する効果に優れているばかりでなく、安全性、使用性、化粧の仕上がりも良好で、高い紫外線防御効果を有するにも関わらず、化粧したとき、外観上自然な仕上がりが得られる価値ある化粧料である。

#### フロントページの続き

(72)発明者 諏訪 善親

大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号 大日本化成株式会社内

(72)発明者 吉岡 隆嗣

大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番11号

大日本化成株式会社内

(72) 発明者 初田 武司

兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御

国色素株式会社内

(72) 発明者 高橋 英雄

兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御

国色素株式会社内

Fターム(参考) 40083 AA082 AA122 AB211 AB212

AB222 AB231 AB232 AB241

AB242 AB332 AB432 AB442

ACO11 ACO12 ACO22 ACO72

AC122 AC242 AC392 AC401

AC421 AC442 AC472 AC482

AC582 AC842 AD151 AD171

AD172 AD222 AD241 AD261

AD281 AD512 AD662 BB23

CC01 CC05 CC12 CC13 CC19

DD31 DD32 DD33 EE01 EE06

DD31 DD32 DD33 EE01 EE00

EE07 EE10 EE17

4G035 AB43

4G065 AA01 AA06 AB28Y AB32X

AB33Y AB35Y AB38Y BA07

BB01 BB03 CA01 DA02 EA01

**EA03 EA07** 

THIS PAGE BLANK (USPTO)